

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
17. Januar 2002 (17.01.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/04190 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B29C 44/46**, 44/34, C08J 9/12 (74) Anwalt: **DROPE, Rüdiger**; Bayer Aktiengesellschaft, 51368 Leverkusen (DE).
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/07214 (81) Bestimmungsstaaten (*national*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (22) Internationales Anmeldedatum:
25. Juni 2001 (25.06.2001)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch (84) Bestimmungsstaaten (*regional*): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- (30) Angaben zur Priorität:
100 33 068.1 7. Juli 2000 (07.07.2000) DE
- (71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): **HENNECKE GMBH** [DE/DE]; 51379 Leverkusen (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): **SULZBACH, Hans-Michael** [DE/DE]; Hermann-Löns-Str. 12, 53639 Königswinter (DE). **ALTHAUSEN, Ferdinand** [DE/DE]; Wiescheider Str. 16, 53819 Neunkirchen-Seelscheid (DE). **RAFFEL, Reiner** [DE/DE]; Müschbungert 2, 53721 Siegburg (DE). **SCHAMBERG, Martin** [DE/DE]; Beethovenstr. 22, 53773 Hennef (DE).
- Veröffentlicht:**
— mit internationalem Recherchenbericht
— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen
- Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.*

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING FOAMS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM HERSTELLEN VON SCHAUMSTOFFEN

(57) Abstract: The invention relates to the production of foams from flowable reaction components which are loaded with a powder, fine-grained or fibrous loading material and with a foaming agent which is transformed from a liquid to a gaseous state as it passes a discharging mechanism (26) which is connected downstream of the (main) mixer (15). This discharging mechanism (26) is prevented from becoming clogged by an agglomerate reducer (18) which is situated between the loading material feed and the discharging mechanism (26) and which eliminates any agglomerates that have formed.

(57) Zusammenfassung: Bei der Herstellung von Schaumstoffen aus fließfähigen Reaktionskomponenten, welche einerseits mit einem pulverigen, feinkörnigen oder faserigen Zuschlagstoff und andererseits mit einem Treibmittel beladen sind, welches beim Passieren eines einem (Haupt-)Mischer (15) nachgeordneten Austragsorgans (26) vom flüssigen in den gasförmigen Zustand übergeht, wird das Verstopfen dieses Austragsorgans (26) vermieden, indem mittels eines zwischen dem Eintrag des Zuschlagstoffes und dem Austragsorgan (26) angeordneten Agglomerat-Zerkleinerers (18) gebildete Agglomerate zerstört werden.

WO 02/04190 A1

Verfahren und Vorrichtung zum Herstellen von Schaumstoffen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Herstellen von
5 Schaumstoffen aus mindestens zwei miteinander reagierenden flüssigen Reaktionskomponenten, wobei mindestens einer dieser Reaktionskomponenten pulvrige, faserige oder feinkörnige Zuschlagstoffe und mindestens einer dieser Reaktionskomponenten ein bei einem entsprechenden Drucksprung vom flüssigen in den gasförmigen Zustand übergehendes Treibmittel beigemischt werden.

10 Es ist hinlänglich bekannt, Schaumstoffe, insbesondere aus Polyurethan, durch Reaktion von Polyol mit Isocyanat herzustellen.

Als Treibmittel für die Zellbildung haben sich solche durchgesetzt, welche sich unter
15 entsprechendem Druck in flüssigem Zustand befinden, aber bei ihrer Entspannung durch einen Drucksprung entsprechender Höhe in gasförmigen Zustand übergehen und sodann als Zellgas beim Aufschäumen des Reaktionsgemisches zur Verfügung stehen. Hier hat sich im Hinblick auf die Umweltverträglichkeit insbesondere Kohlendioxid bewährt. Zum Erzeugen des Drucksprunges bzw. der notwendigen Entspannung dient ein hinter dem Reaktionsmischer angeordnetes, dementsprechend
20 gestaltetes Austragsorgan. Als solches eignen sich Siebe mit geeigneter Maschengröße, Lochplatten, Spaltorgane, Sintermetallplatten, Kugelschüttungen oder dergleichen, d.h. Organe, welche auf das mit Treibmittel beladene Reaktionsgemisch beim Hindurchströmen einen solchen Drucksprung ausüben, durch welchen das
25 Treibmittel aus dem flüssigen in den gasförmigen Zustand übergeht. Solche Austragsorgane sind unter den Fachbegriffen „Creamer“ und „Lay-down-device“ im Markt eingeführt.

Derartige Verfahren zur Herstellung von Polyurethanschaum sind insbesondere in
30 den EP-A 767 728, EP-A 777 564 und EP-A 794 857 beschrieben. Dabei wird in mindestens einer der Komponenten (Polyol, Isocyanat) 2 bis 6 Gew.-% CO₂ ober-

halb des Lösungsgleichgewichtsdruckes von typischerweise 6 bis 20 bar gelöst. Diese wird dann weiter unter Druck mit der anderen Komponente vermischt und durch eine engmaschige Siebplatte mit mehreren tausend Durchtrittsöffnungen von 0,1 bis 0,3 mm Durchmesser auf Normaldruck entspannt, wobei Flüssigschaum einer
5 Rohdichte von 50 bis 120 kg/m³ (ohne Berücksichtigung von Füllstoffen) entsteht. Üblicherweise wird die Dichte des Flüssigschaums durch in die Polyolkomponente gegebenes Wasser, das bei der Reaktion mit Isocyanat CO₂ bildet, weiter reduziert.

Es hat sich gezeigt, dass diese einen Drucksprung verursachenden Austragsorgane
10 häufig verstopfen, wenn mit Zuschlagstoffen in pulvriger, feinfaseriger oder feinkörniger Form beladene Reaktionskomponenten bzw. Reaktionsgemische verarbeitet werden. Dadurch wird das Austragen des mit Zuschlagstoff beladenen Reaktionsgemisches inhomogen, und insbesondere beim Auftragen auf eine nachgeordnete Unterlage, wie beim Blocksäumen oder bei der Plattenherstellung, erfolgt der
15 Auftrag auf die Unterlage ungleichmäßig, wodurch natürlich ein(e) im Querschnitt inhomogener Block bzw. Platte entsteht. Vor allem kommt es zu Verstopfung der Siebplatten. Es wurde gefunden, dass Gehalte von Agglomeraten einer Abmessung von oberhalb 10 µm in einer Menge von weniger als 0,1 % bezogen auf Gesamt-
Füllstoff prohibitiv für einen mehrstündigen Anlagenbetrieb sind.

20 Es besteht die Aufgabe, bei der Verarbeitung von mit Zuschlagstoffen und einem Treibmittel beladenen Reaktionsgemischen das erforderliche entspannende Austragsorgan vor Verstopfungen zu schützen.

25 Dies wird dadurch erreicht,

- a) dass in mindestens eine der Reaktionskomponenten der Zuschlagstoff und das Treibmittel eingegeben und damit vermischt werden,
- 30 b) wobei das Treibmittel in flüssigem Zustand eingemischt wird,

- c) dass dieses mit Treibmittel beladene Reaktionsgemisch durch ein einen Drucksprung erzeugendes Austragsorgan ausgetragen wird, wobei der Drucksprung so eingestellt wird, dass das flüssige Treibmittel in den gasförmigen Zustand übergeht, und

5

- d) dass sich gebildete Agglomerate aus Zuschlagstoff noch vor Erreichen des Austragsorgans zerkleinert werden.

10

Die Erfindung bezieht sich vorzugsweise auf die Herstellung von Polyurethan-Schaumstoffen aus Polyol und Isocyanat, ist aber auch für die Herstellung anderer Mehrkomponenten-Schaumstoffe geeignet.

15

Feinkörnige Zuschlagstoffe bestehen in der Regel aus Melamin, Aktivkohle, Kreide, Calciumcarbonat, Schwerspat; pulvrige z.B. aus Grafitpulver, Ammoniumpolyphosphat oder Recyclingpulver; faserige vorzugsweise aus Glas, Aramid oder Kunststoffen, insbesondere aus Polypropylenfasern.

20

Geeignete pulverförmige Füllstoffe weisen typischerweise Korngrößen von etwa 10 bis 50 µm auf. Faserförmige Füllstoffe weisen vorzugsweise Durchmesser von 6 bis 14 µm und eine Länge von 100 bis 200 µm auf. Es hat sich gezeigt, dass derartige Füllstoffe auch nach Mahlung und Siebung noch geringe Anteile grober Agglomerate aufweisen bzw. in Form adhäsiv gebundener, neu gebildete Agglomerate aufweisen, die zur Verstopfung der Austragsorgane mit Druckentspannung führen.

25

Füllstoffe werden erfindungsgemäß bevorzugt in einer Menge von 10 bis 40 Gew.-% bezogen auf den fertigen Schaum eingesetzt, d.h. dass die Polyol-Füllstoffdispersion zwischen etwa 20 und 50 Gew.-% Füllstoff aufweist.

30

Obwohl die Art der Zugabe der Zuschlagstoffe in eine der Reaktionskomponenten nicht unmittelbar mit der Zerkleinerung entstandener Zuschlagstoff-Agglomerate zusammenhängt, bieten sich mehrere Alternativen, welche eventuell im Einzelfalle

nach Art der zu beladenden Reaktionskomponente oder des Zuschlagstoffes Vorteile bieten können. Solche Vorteile sind aber im wesentlichen nur empirisch ermittelbar.

5 Die Dispergierung der Füllstoffe vorzugsweise in der Polyolkomponente erfolgt mittels üblicher Rühr- und Dispergierapparate mit Förderung in den Vorratstank oder in diesem selbst. Der Vorratstank wird vorzugsweise gerührt, um ein Absetzen der Füllstoffe zu verhindern.

10 Gemäß einer ersten Durchführungsform des neuen Verfahrens dient die gleiche Reaktionskomponente als Träger für Zuschlagstoff und Treibmittel.

Dies hat den Vorteil, dass die mit Zuschlagstoff beladene Reaktionskomponente durch die Beigabe des flüssigen Treibmittels wieder verdünnt wird.

15 Alternativ wird eine der Reaktionskomponenten mit Zuschlagstoff und eine andere Reaktionskomponente mit Treibmittel beladen.

20 Damit tritt eine direkte gegenseitige Einflussnahme von Zuschlagstoff und Treibmittel aufeinander erst beim Vermischen der beiden unterschiedlich beladenen Reaktionskomponenten miteinander auf. Eine solche späte Einflussnahme ist aber ohne Belang, da das Reaktionsgemisch sofort nach der Vermischung ausgetragen wird und aufschäumt.

25 Beispielsweise lassen sich auch einem Zweig einer Reaktionskomponente Zuschlagstoff und dem anderen Zweig Treibmittel beimischen, und anschließend werden beide beladenen Zweige der Reaktionskomponente miteinander vorvermischt, bevor sie mit der zweiten Reaktionskomponente vermischt werden.

30 Es lässt sich auch ein Zweig der Reaktionskomponente mit Zuschlagstoff und der andere Zweig mit Treibmittel beladen, aber dann werden die beiden beladenen

Zweige der Reaktionskomponente der zweiten Reaktionskomponente getrennt zugeführt und mit dieser vermischt.

Bei beiden Varianten lassen sich die Zugabe der Zuschlagstoffe und des Treibmittels besser steuern, weil sie nicht in den gleichen Komponentenstrom eingespeist werden.

Auch ist es möglich, neben Isocyanat als weitere Reaktionskomponenten zwei unterschiedliche Polyole einzusetzen und eine davon mit dem Zuschlagstoff zu beladen.

Dies ist insbesondere dann von Vorteil, wenn eines der Polyole empfindlich ist.

Während man die Zugabe von Zuschlagstoff und/oder Treibmittel während der Produktion on-line betreiben kann, ist es bevorzugt, vorher ein Batch (Vorratstank) aus Reaktionskomponente und Zuschlagstoff zu erzeugen.

Erfindungsgemäß wird nun die in dem Vorratstank vorgelegte oder on-line erzeugte Vor-Dispersion einer Agglomeratzerkleinerung mittels hoher Schergeschwindigkeiten und gegebenenfalls Prallkräften unterzogen.

Erfindungsgemäß erfolgt die Agglomeratzerkleinerung on-line während der Zuführung der Dispersion zum Hauptmischer und/oder im "Konditioniermodus" in einer Zirkulationsleitung vom Vorratstank und in diesen zurück.

Bevorzugt ist die Agglomeratzerkleinerung zumindest on-line, gegebenenfalls zusätzlich im "Konditioniermodus".

Die Schergeschwindigkeiten, denen die Vor-Dispersion während der Agglomeratzerkleinerung unterzogen werden, betragen vorzugsweise mehr als 10^5 s^{-1} .

Besonders bevorzugt sind Schergeschwindigkeiten oberhalb $3 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1}$.

Die Schergeschwindigkeit wird dadurch erzeugt, dass in der Zuleitung zum Hauptmischer und/oder der Zirkulationsleitung mindestens eine Lochblende vorgesehen ist, durch die die Vor-Dispersion unter einem hohem Vordruck von vorzugsweise 20 bis 150 bar, insbesondere bevorzugt 30 bis 80 bar, weiter bevorzugt 30 bis 50 bar, gepresst wird.

Höhere Drücke sind nicht unschädlich, im Sinne der Agglomeration sogar anzustreben, aber technisch nur unter hohem Aufwand zu realisieren.

Unter Schergeschwindigkeit im Sinne der Erfindung soll die 3-fache mittlere Durchtrittsgeschwindigkeit der Dispersion dividiert durch den Radius der Lochblende verstanden werden.

Die mindestens eine Lochblende hat vorzugsweise einen Durchmesser von nicht unter 0,5 mm, vorzugsweise zwischen 1 und 1,5 mm. Bei Durchmessern oberhalb 2 mm können bei den bevorzugten Drücken die erfindungsgemäßen hohen Schergeschwindigkeiten nicht erreicht werden. Bei Lochblenden-Durchmessern unter 0,5 mm besteht das Risiko der Verstopfung.

Zur Gewährleistung technischer Durchsatzmengen sind mehrere Lochblenden parallel, d.h. von demselben Vordruck aus durchströmt, vorzusehen. So ist es beispielsweise für eine Durchsatzmenge von 100 l/min Polyol-Füllstoffdispersion zweckmäßig, eine Lochplatte mit 4 bis 10 Lochblenden von 2 mm Durchmesser oder mit 10 bis 25 Lochblenden mit 1,5 mm Durchmesser oder mit 25 bis 50 Lochblenden mit 1 mm Durchmesser vorzusehen.

Erlaubt die Art des eingesetzten Füllstoffs Lochblendendurchmesser im unteren erfindungsgemäßen Bereich, ohne dass die Lochblenden verstopfen, können zwei oder drei Lochplatten in Strömungsrichtung hintereinander eingesetzt werden, da der erforderliche Druck zur Erzielung einer ausreichenden Schergeschwindigkeit bei kleinerem Lochblendendurchmesser geringer ist.

Nach einer weiter bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden je zwei Lochblenden gegenüber angeordnet und in entgegengesetzter Richtung durchströmt, so dass die aus den Lochblenden austretenden Dispersionsstrahlen aufeinander prallen. Derartige Apparate sind prinzipiell beispielsweise aus der EP-A 685 544 und
5 der WO 01/05517 zur Tröpfchendispergierung bei der Lackherstellung bekannt.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand der beigefügten Figuren näher erläutert. Es zeigen:

10

Fig. 1 ein Ausführungsbeispiel mit Einspeisung von Zuschlagstoff und Treibmittel in die gleiche Reaktionskomponente,

15

Fig. 2 ein Ausführungsbeispiel mit Einspeisung von Zuschlagstoff in die eine und von Treibmittel in die andere Reaktionskomponente,

20

Fig. 3 ein Ausführungsbeispiel mit Einspeisung von Zuschlagstoff in eine erste Polyolkomponente und Einspeisung des Treibmittels in eine zweite Polyolkomponente und anschließende Vorvermischung beider Polyole,

Fig. 4 ein Ausführungsbeispiel analog Fig. 3 mit der Abweichung, dass beide Polyole getrennt in den Mischer münden,

25

Fig. 5 zeigt die Ausführungsform des Agglomerat-Zerkleiners,

Fig. 6 zeigt eine weitere Ausführungsform des Agglomerat-Zerkleiners.

30

In Fig. 1 besteht die Vorrichtung aus einem Batchbehälter 1, in welchen aus einem Vorratsbehälter 2 über eine mit einer Pumpe 3 versehene Leitung 4 Polyol und aus einem Vorratsbehälter 5 als Zuschlagstoff Melamin über eine mit einer Dosierschnecke 6 versehene Leitung 7 eingeführt werden. Das Batch wird mittels eines

Rührwerkes 8 erzeugt. Vom Batchbehälter 1 mündet eine Leitung 9 aus, welche über eine Dosierpumpe 10, ein Absperrventil 11, ein Filter 12, einen Mischer 13 und ein Druckbegrenzungsventil 14 in einen als Rührwerksmischer ausgebildeten Hauptmischer 15 führt. Vor dem Absperrventil 11 zweigt eine Kreislaufleitung 16 ab, welche über ein Absperrventil 17 und einen erfindungsgemäßen Agglomerat-Zerkleinerer 18 in den Batchbehälter 1 zurückführt. In einem Vorratsbehälter 19 ist Kohlendioxid als Treibmittel enthalten. Von ihm führt eine Leitung 20 über eine Pumpe 21 ab und mündet zwischen dem Filter 12 und dem Mischer 13 in die Leitung 9. Von einem Vorratsbehälter 22 für Isocyanat als zweite Reaktionskomponente führt über eine Dosierpumpe 23 eine Leitung 24 ab und mündet in den Hauptmischer 15 ein. Am Hauptmischer 15 sind Einlässe 25 für weitere Additive vorgesehen. Dem Hauptmischer 15 ist ein einen Drucksprung im Treibmittel erzeugendes Auslassorgan 26 nachgeordnet.

In Fig. 2 besteht die Vorrichtung aus einem Batchbehälter 31, in welchen aus einem Vorratsbehälter 32 über eine mit einer Pumpe 33 versehene Leitung 34 Polyol und aus einem Vorratsbehälter 35 als Zuschlagstoff Melamin über eine mit einer Dosierschnecke 36 versehene Leitung 37 eingeführt werden. Das Batch wird mittels eines Rührwerkes 38 erzeugt. Vom Batchbehälter 31 mündet eine Leitung 39 aus, welche über eine Dosierpumpe 40, einen Agglomerat-Zerkleinerer 41, ein Absperrventil 42 und ein Filter 43 in einen als Rührwerksmischer ausgebildeten Hauptmischer 44 führt. Der Agglomerat-Zerkleinerer 41 kann mittels eines Druckindikators 57 und einer Regeleinrichtung 58 an unterschiedliche Zuschlagstoffe angepasst werden. Zwischen Agglomerat-Zerkleinerer 41 und Absperrventil 42 zweigt von der Leitung 39 eine ein Absperrventil 45 enthaltende Kreislaufleitung 46 ab, welche in den Batchbehälter 31 zurückführt. In einem Vorratsbehälter 47 ist Kohlendioxid als Treibmittel enthalten. Von ihm führt eine Leitung 48 über eine Pumpe 49 ab und mündet zwischen einer Dosierpumpe 50 und einem Mischer 51 in eine Leitung 52. Diese führt von einem Vorratsbehälter 53 für Isocyanat ab und mündet über eine dem Mischer 51 nachgeordnete Drossel 54 in den Hauptmischer 44. Am Hauptmischer 44 sind Einlässe 55 für weitere Additive vorgesehen. Dem Hauptmischer 44 ist ein einen

- Drucksprung im Treibmittel erzeugendes Auslassorgan 56 nachgeordnet. Die Pumpe 40 stellt einen solchen Druck zur Verfügung, dass das gelöste Kohlendioxid im Hauptmischer 44 nicht in den gasförmigen Zustand übergeht und ferner über dem Agglomerat-Zerkleinerer eine für die Agglomeratzerkleinerung hinreichend große Druckdifferenz herrscht. Die Vorrichtung wird vor Produktionsbeginn vorzugsweise bei geschlossenem Ventil 42 und geöffnetem Ventil 45 einige Stunden im "Konditioniermodus" gefahren und während der Produktion bei offenem Ventil 42 und geschlossenem Ventil 45 im "on-line-modus".
- 10 In Fig. 3 besteht die Vorrichtung aus einem Batchbehälter 61, in welchen aus einem Vorratsbehälter 62 über eine mit einer Pumpe 63 versehene Leitung 64 ein erstes Polyol und aus einem Vorratsbehälter 65 als Zuschlagstoff Melamin über eine mit einer Dosierschnecke 66 versehene Leitung 67 eingeführt werden. Das Batch wird mittels eines Rührwerkes 68 erzeugt. Vom Batchbehälter 61 mündet eine Leitung 69
- 15 aus, welche über eine Dosierpumpe 70, ein Absperrventil 71, ein Filter 72, einen Mischer 73 und eine Drossel 74 in einen als Rührwerksmischer ausgebildeten Hauptmischer 75 führt. Vor dem Absperrventil 71 zweigt eine Kreislaufleitung 76 ab, welche über ein Absperrventil 77 und einen Agglomerat-Zerkleinerer 78 in den Batchbehälter 61 zurückführt. In einem Vorratsbehälter 79 ist als Treibmittel Kohlendioxid enthalten. Von ihm führt eine Leitung 80 über eine Pumpe 81 ab und vereinigt sich mit einer Leitung 82, welche über eine Dosierpumpe 83 von einem Vorratsbehälter 84 für ein zweites Polyol abführt. Die vereinigte Leitung 85 führt dann über einen Mischer 86 und eine Drossel 87 zwischen dem Filter 72 und dem Mischer 73 in die Leitung 69. Von einem Vorratsbehälter 88 für Isocyanat führt über
- 20 eine Dosierpumpe 89 eine Leitung 90 ab und mündet in den Hauptmischer 75 ein. An ihm sind Einlässe 91 für weitere Additive vorgesehen. Dem Hauptmischer 75 ist ein Austragsorgan 92 nachgeordnet. Der Drucksprung ist durch die Wahl des Durchströmquerschnittes des Austragsorgans 92 so ausgelegt, dass das Treibmittel vom flüssigen Zustand in den gasförmigen übergeht.

- In Fig. 4 besteht die Vorrichtung aus einem Batchbehälter 101, in welchen aus einem Vorratsbehälter 102 über eine mit einer Pumpe 103 versehene Leitung 104 ein erstes Polyol und aus einem Vorratsbehälter 105 als Zuschlagstoff Melamin über eine mit einer Dosierschnecke 106 versehene Leitung 107 eingeführt werden. Das Batch wird
5 mittels eines Rührwerkes 108 erzeugt. Vom Batchbehälter 101 mündet eine Leitung 109 aus, welche über eine Dosierpumpe 110, einen Agglomerat-Zerkleinerer 111, ein Absperrventil 112 und ein Filter 113 in einen als Rührwerksmischer ausgebildeten Hauptmischer 114 führt. Der Agglomerat-Zerkleinerer 111 kann mittels eines Druckindikators 131 und einer Regeleinrichtung 132 an unterschiedliche Zuschlag-
10 stoffe angepasst werden. Zwischen Agglomerat-Zerkleinerer 111 und Absperrventil 112 zweigt von der Leitung 109 eine ein Absperrventil 115 enthaltende Kreislaufleitung 116 ab, welche in den Batchbehälter 101 zurückführt. In einem Vorratsbehälter 117 ist Kohlendioxid als Treibmittel enthalten. Von ihm führt eine Leitung 118 über eine Pumpe 119 ab und vereinigt sich mit einer Leitung 120 zu einer Leitung 121.
15 Die Leitung 120 führt über eine Dosierpumpe 122 von einem Vorratsbehälter 123 für ein zweites Polyol ab. In der vereinigten Leitung 121 sind ein Mischer 124 und eine Drossel 125 angeordnet; sie mündet in den Hauptmischer 114. Ausserdem mündet eine von einem Vorratsbehälter 126 für Isocyanat abführende Leitung 127 über eine Dosierpumpe 128 in diesen Hauptmischer 114. Am Hauptmischer 114 sind Einlässe
20 129 für weitere Additive vorgesehen. Ihm ist ein einen Drucksprung im Treibmittel erzeugendes Auslassorgan 130 nachgeordnet. Der Drucksprung ist durch die Wahl des Durchströmquerschnittes des Austragsorgans 130 so ausgelegt, dass das Treibmittel vom flüssigen Zustand in den gasförmigen übergeht.
- 25 Fig. 5 zeigt einen erfindungsgemäßen Agglomeratzerkleinerer, der aus einer quer zur Strömungsrichtung der Polyol-Füllstoff-Dispersion angeordneten Lochplatte 504 mit (vorzugsweise scharfkantigen) Durchtrittslöchern 503 besteht, die in einem Rohrabschnitt 501, der gegebenenfalls erweitert sein kann (502), angeordnet ist.
- 30 Fig. 6 zeigt einen als Einbau 602 in einem Rohrabschnitt 601 ausgebildeten Agglomeratzerkleinerer, bei dem jeweils gegenüberliegende (vorzugsweise scharfkantige)

Löcher vorgesehen sind, durch die die Polyol-Füllstoff-Dispersion gedrückt wird, so dass die aus gegenüberliegenden Löchern austretenden Dispersions-Strahlen aufeinanderprallen.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen von Polyurethan-Schaumstoffen aus mindestens zwei miteinander reagierenden flüssigen Reaktionskomponenten, wobei mindestens einer dieser Reaktionskomponenten pulverige, faserige oder feinkörnige Zuschlagstoffe und mindestens einer dieser Reaktionskomponenten ein bei einem entsprechenden Drucksprung vom flüssigen in den gasförmigen Zustand übergehendes Treibmittel beigemischt werden, dadurch gekennzeichnet,
- a) dass in mindestens eine der Reaktionskomponenten der Zuschlagstoff und/oder das Treibmittel eingegeben und damit vermischt werden,
- b) wobei das Treibmittel in flüssigem Zustand eingemischt wird,
- c) dass dieses mit Treibmittel beladene Reaktionsgemisch durch ein einen Drucksprung erzeugendes Austragsorgan (26, 56, 92, 130) ausgetragen wird, wobei der Drucksprung so eingestellt wird, dass das flüssige Treibmittel vom flüssigen in den gasförmigen Zustand übergeht, und
- d) dass sich gebildete Agglomerate aus Zuschlagstoff noch vor Erreichen des Austragsorgans (26, 56, 92, 130) zerkleinert werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Träger für Zuschlagstoff und Treibmittel die gleiche Reaktionskomponente dient.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine der Reaktionskomponenten mit Zuschlagstoff und eine andere der Reaktionskomponenten mit Treibmittel beladen wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass einem
Zweig der Reaktionskomponente Zuschlagstoff und dem anderen Zweig
Treibmittel beigemischt wird und dass anschließend beide beladenen Zweige
der Reaktionskomponente zusammengeführt und gegebenenfalls miteinander
vorvermischt werden, bevor sie mit der zweiten Reaktionskomponente ver-
mischt werden.
- 5.
5. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass einem
Zweig der Reaktionskomponente Zuschlagstoff, dem anderen Zweig Treib-
mittel beigemischt wird und dass die beiden beladenen Zweige der Reak-
tionskomponente der zweiten Reaktionskomponente getrennt zugeführt und
mit dieser vermischt werden.
- 6.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass
mindestens eine der beladenen Reaktionskomponenten durch Kreislauffüh-
rung konditioniert wird.
- 7.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass
die Agglomeratzerkleinerung dadurch erfolgt, dass in der den Füllstoff enthal-
tenden Reaktionskomponente Schergeschwindigkeiten von oberhalb $10^5 \cdot s^{-1}$
erzeugt werden.
- 8.
8. Vorrichtung zum Herstellen von Polyurethan-Schaumstoffen aus mindestens
zwei miteinander reagierenden flüssigen Reaktionskomponenten, bestehend
aus Vorratsbehältern (2, 5, 19, 22; 32, 35, 47, 53; 62, 65, 79, 84, 88; 102,
105, 117, 123, 126) für fließ- bzw. dosierfähige Reaktionskomponenten,
Zuschlagstoff und Treibmittel sowie einem mit den Vorratsbehältern (2, 5,
19, 22; 32, 35, 47, 53; 62, 65, 79, 84, 88; 102, 105, 117, 123, 126) verbun-
denen und zu einem (Haupt-)Mischer (15; 44; 75; 114) führenden Leitungs-
system, dadurch gekennzeichnet,

- 5 a) dass in mindestens eine von einem der Reaktionskomponenten-Vorratsbehälter (2, 22; 32, 53; 62, 84, 88; 102, 123, 126) zum (Haupt-)Mischer (15; 44; 75; 114) führende Leitung (9; 39; 69; 109) eine vom Zuschlagstoff-Vorratsbehälter (5, 35, 65, 105) abführende Zuleitung (7/9; 37/39; 67/69; 107/109) und eine vom Treibmittel-Vorratsbehälter (19; 47; 79; 117) abführende Leitung (20/9; 48/52; 80/85/69; 118/121) einmünden,
- 10 b) dass die Leitungen (9; 39, 52; 69, 85/69) für die beladenen Reaktionskomponenten in einen (Haupt-)Mischer (15; 44; 75; 114) münden,
- 15 c) dass dem (Haupt-)Mischer (15; 44; 75; 114) ein einen Drucksprung erzeugendes Austragsorgan (26; 56; 92; 130) nachgeordnet ist, wobei der Drucksprung so eingestellt ist, dass das Treibmittel aus dem flüssigen in den gasförmigen Zustand übergeht, und
- 20 d) dass zwischen der Einmündung der Zuleitung (5; 35; 65; 105) für Zuschlagstoff und dem Austragsorgan (26; 56; 92; 130) ein Agglomerat-Zerkleinerer (18; 41; 78; 111) angeordnet ist.
- 25 9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass in die von einem der Reaktionskomponenten-Vorratsbehälter (2; 62) zum (Haupt-)Mischer (15; 75) führende Leitung (4/9; 64/69) sowohl die Zuleitung (7; 67) für den Zuschlagstoff als auch die Zuleitung (20; 80/85) für das Treibmittel einmünden.
- 30 10. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass in die vom ersten Reaktionskomponenten-Vorratsbehälter (32; 102) zum (Haupt-)Mischer (44; 114) führende Leitung (39; 109) die Zuleitung (37; 107) für den Zuschlagstoff und in die vom zweiten Reaktionskomponenten-Vorratsbehälter

ter (53; 123) zum (Haupt-)Mischer (44; 114) führende Leitung (52; 120/121) die Zuleitung (47; 117) für das Treibmittel einmünden.

- 5 11. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass dem Reaktionskomponenten-Vorratsbehälter (2; 32; 62; 102) der mit Füllstoff zu beladenden Reaktionskomponente ein Batchbehälter (1; 31; 61; 101) nachgeordnet ist, von welchem eine Leitung (9; 39; 69; 109) zu einem (Haupt-)Mischer (15; 44; 75; 114) führt, und dass von dieser Leitung (9; 39; 69; 109) eine Kreislaufleitung (16; 46; 76; 116) zum Batchbehälter (1; 31; 61; 101) zurückführt.
- 10 12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Agglomerat-Zerkleinerer (18; 78) in der Kreislaufleitung (16; 77) angeordnet ist.
- 15 13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Agglomeratzerkleinerer aus mindestens einer Lochblende mit einem Durchmesser von 0,5 bis 2 mm besteht.

1/6

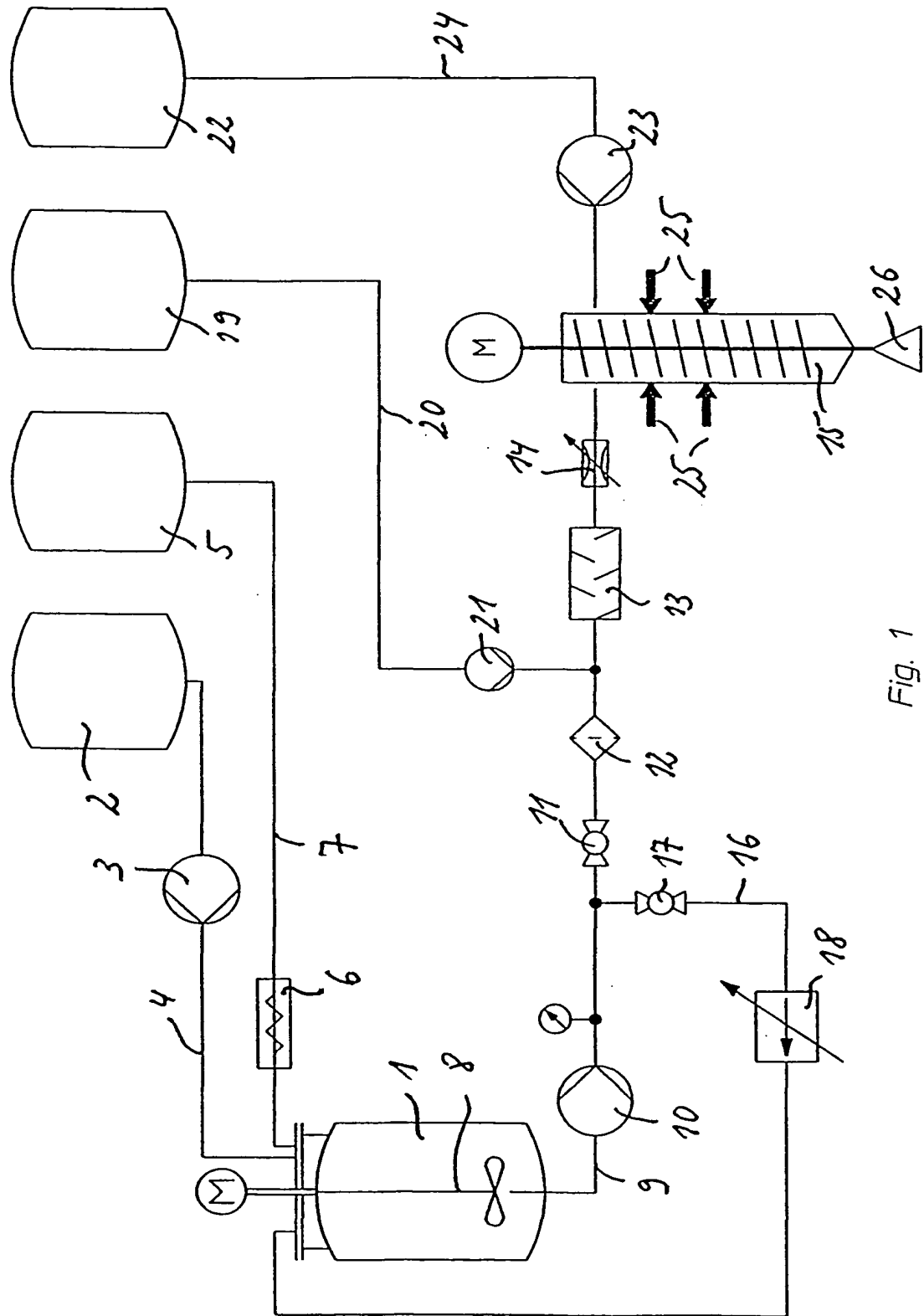


Fig. 1

2/6

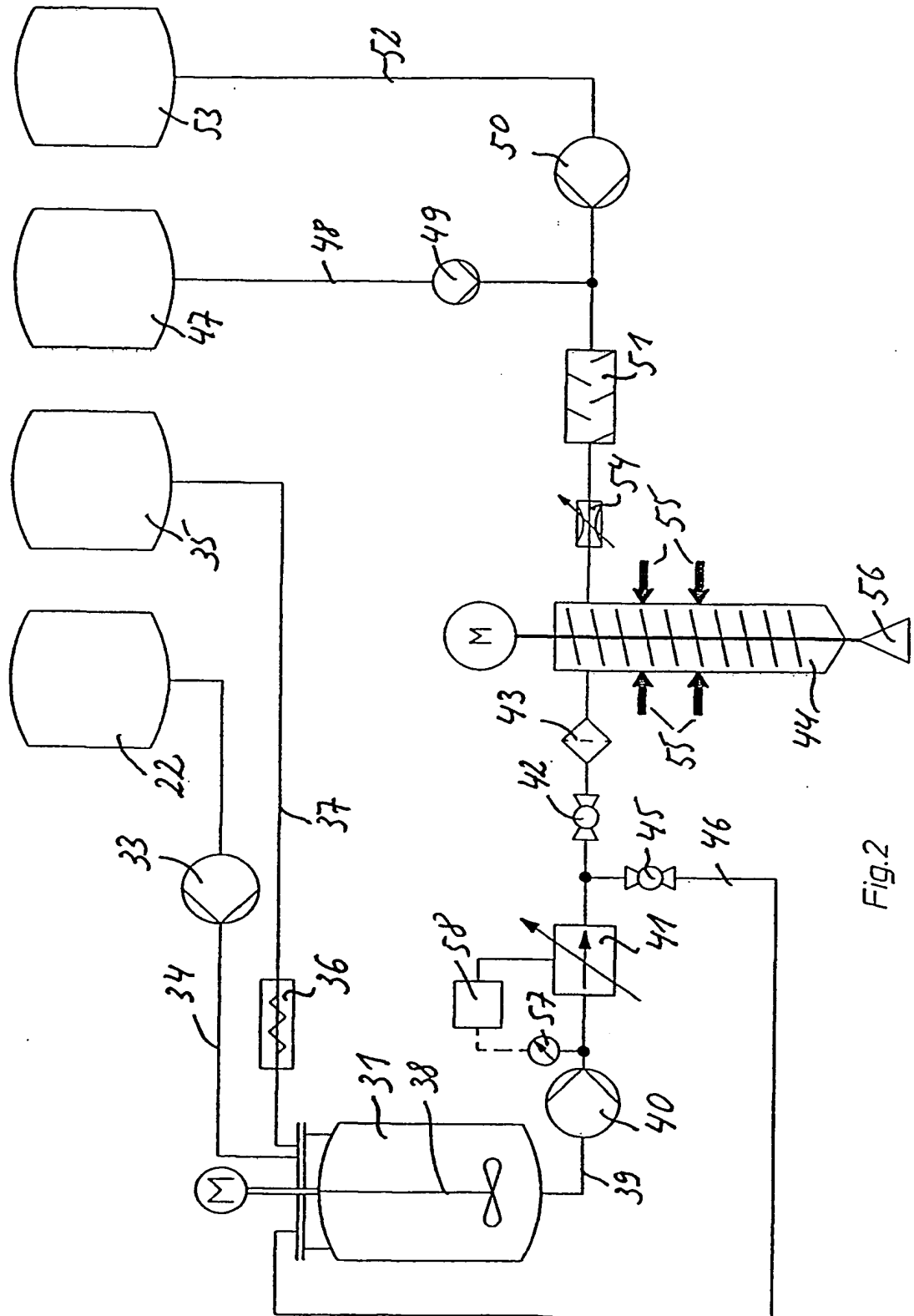


Fig.2

3/6

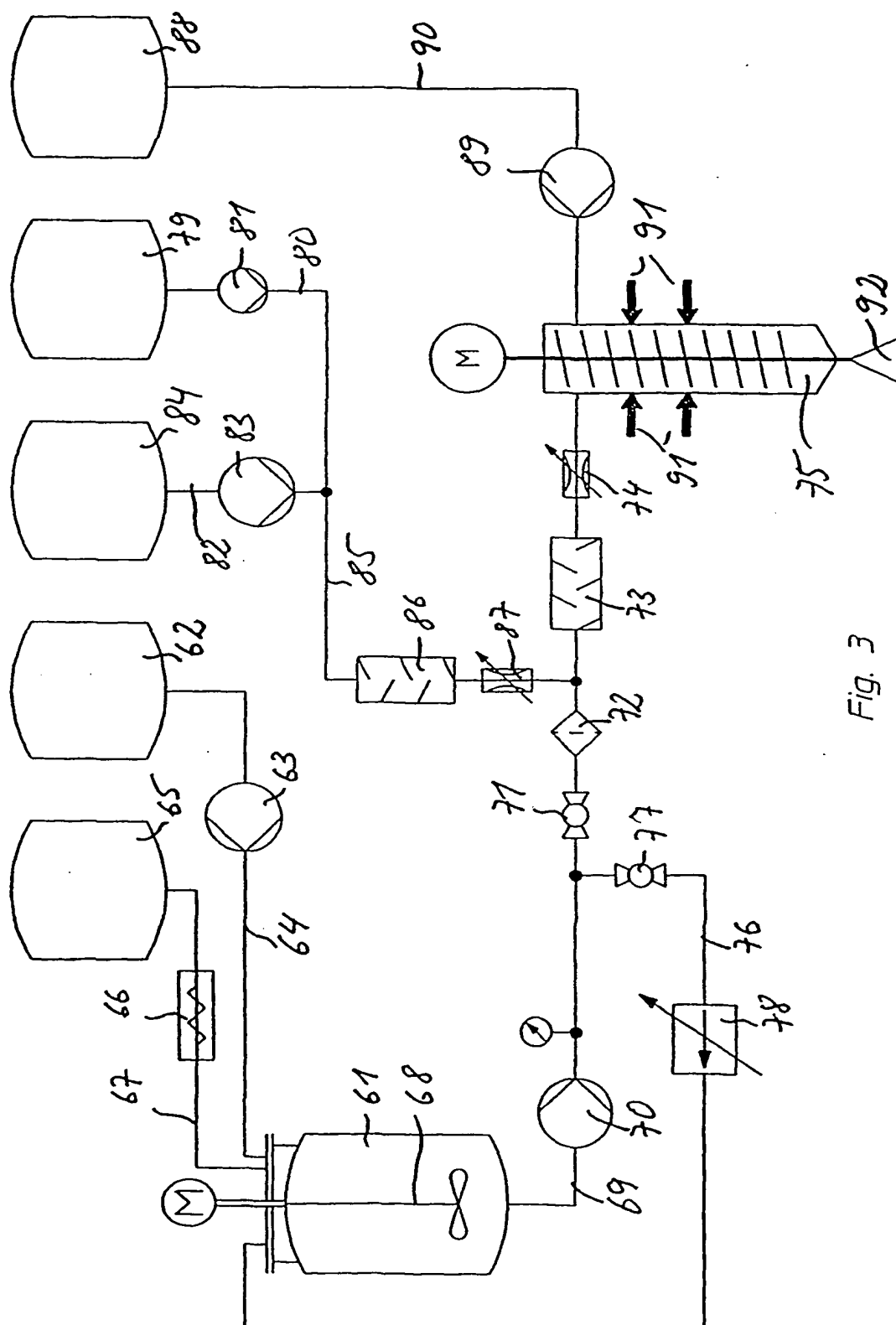


Fig. 3

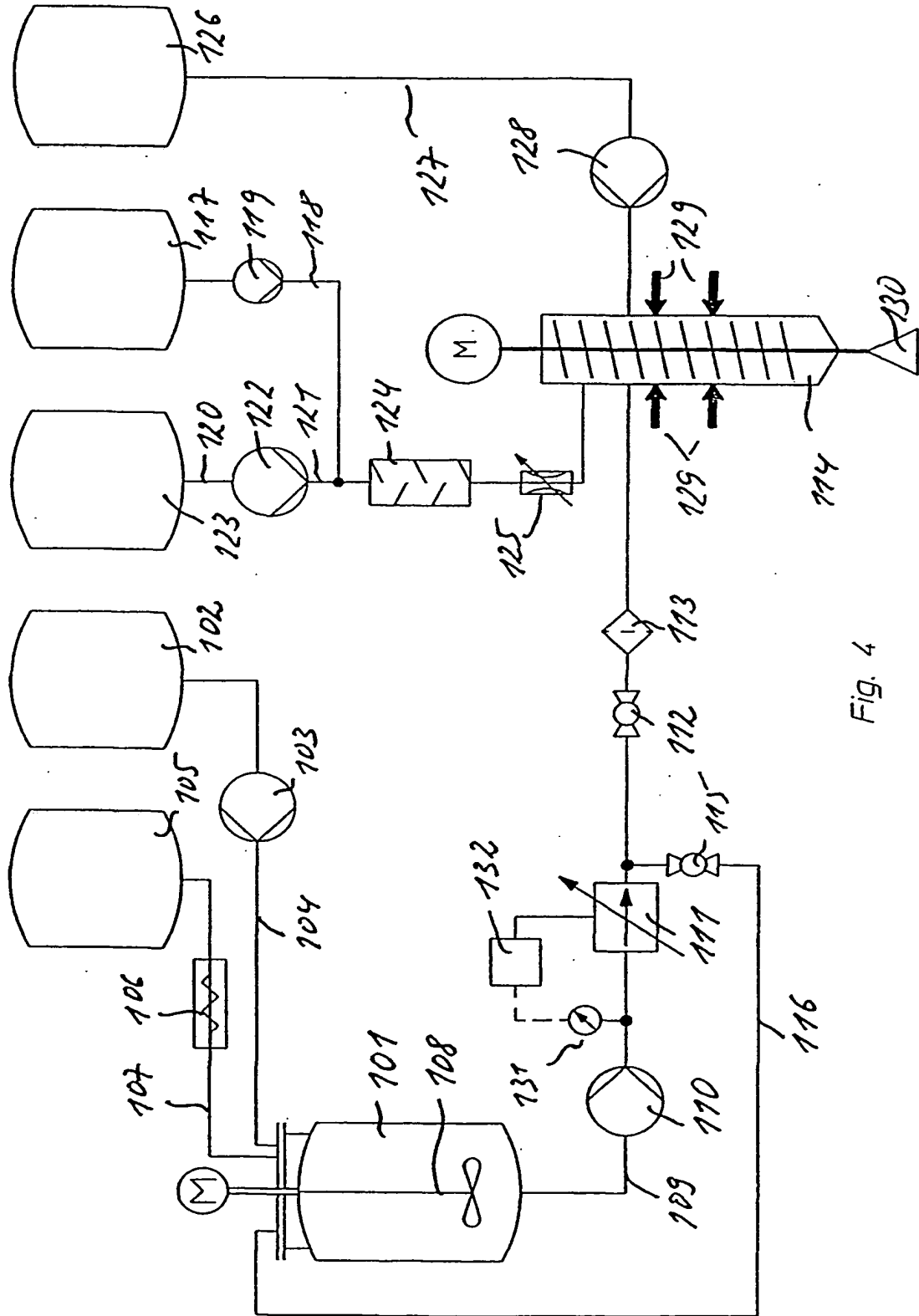


Fig. 4

5/6

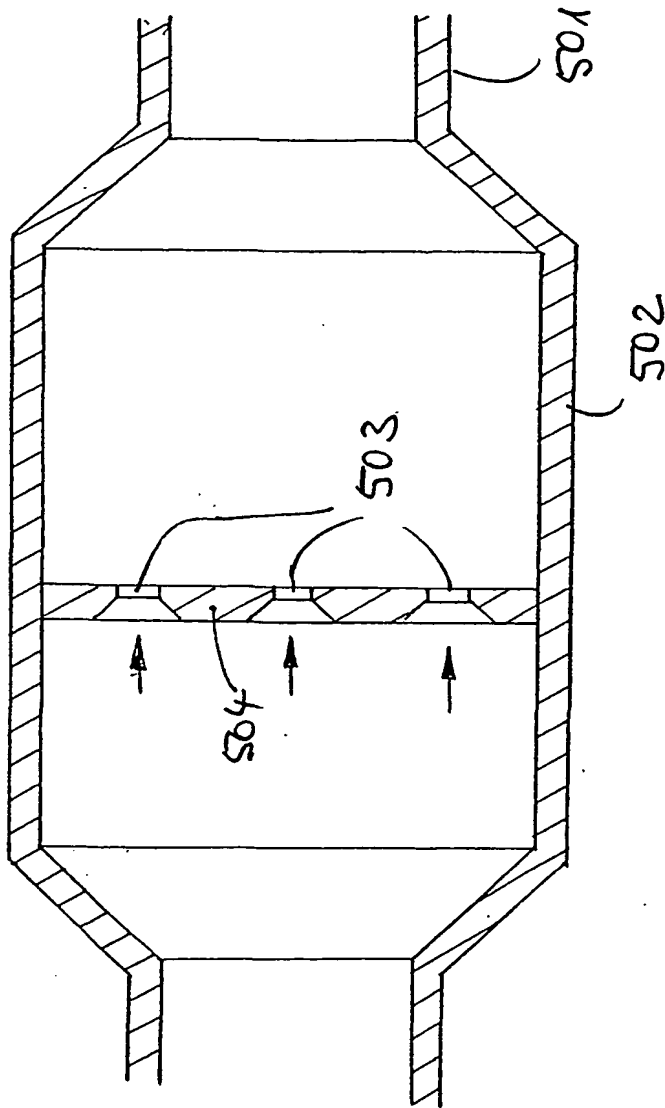


Fig. 5

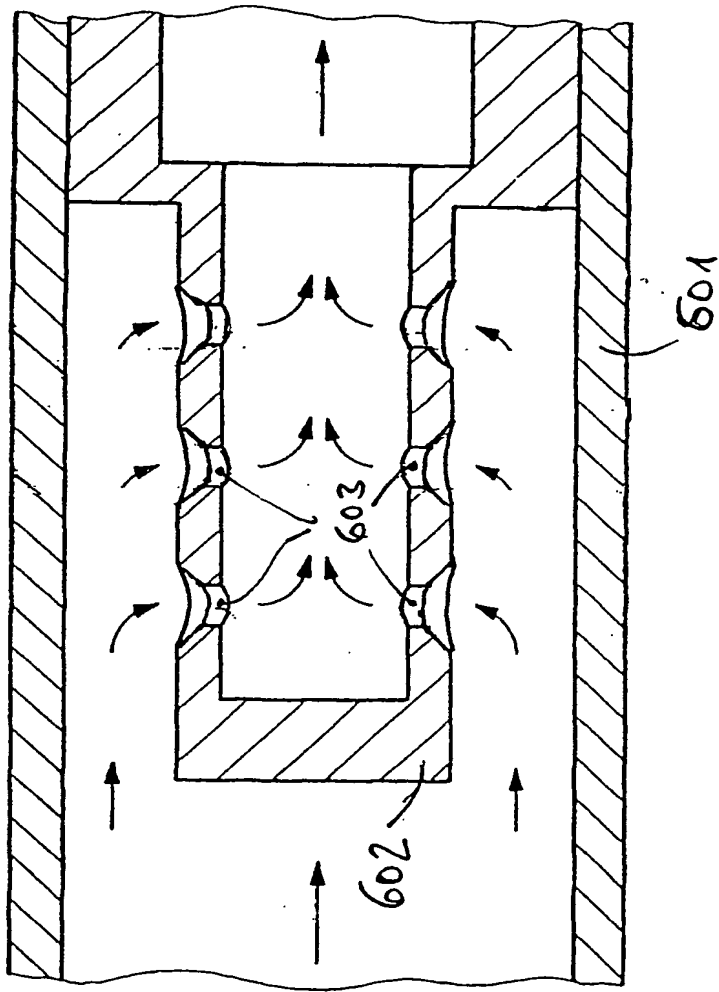


Fig. 6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte ☐ Application No

PCT/EP 01/07214

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 7 B29C44/46 B29C44/34 C08J9/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 IPC 7 B29C C08J C08G C08K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, EP0-Internal, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 801 210 A (RADOVICH ET AL) 1 September 1998 (1998-09-01) column 2, line 38 -column 4, line 52; claim 1	1
A	EP 0 878 284 A (HENNECKE) 18 November 1998 (1998-11-18) column 2, line 26 -column 3, line 45; claims 1-5	1
A	DE 44 42 254 A (HENNECKE/BAYER) 30 May 1996 (1996-05-30) column 2, line 62 -column 7, line 56; claims 1-9 & EP 0 794 857 A 17 September 1997 (1997-09-17) cited in the application	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

6 November 2001

Date of mailing of the international search report

15/11/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Bourgonje, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Inte al Application No

PCT/EP 01/07214

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5801210	A	01-09-1998	US 6034147 A	07-03-2000
EP 878284	A	18-11-1998	DE 19718895 C1	14-01-1999
			DE 19742039 A1	25-03-1999
			CN 1198446 A	11-11-1998
			EP 0878284 A2	18-11-1998
			JP 10315261 A	02-12-1998
			NO 982003 A	06-11-1998
DE 4442254	A	30-05-1996	DE 4442254 A1	30-05-1996
			AT 177675 T	15-04-1999
			AU 4117096 A	19-06-1996
			BR 9509776 A	30-09-1997
			CN 1167459 A ,B	10-12-1997
			DE 69508427 D1	22-04-1999
			DE 69508427 T2	22-07-1999
			WO 9616782 A1	06-06-1996
			EP 0794857 A1	17-09-1997
			JP 10509924 T	29-09-1998
			NO 972407 A	27-05-1997
			PL 320483 A1	29-09-1997
			US 5840778 A	24-11-1998
			ZA 9510046 A	06-06-1996

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 B29C44/46 B29C44/34 C08J9/12

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 B29C C08J C08G C08K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, EPO-Internal, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 5 801 210 A (RADOVICH ET AL) 1. September 1998 (1998-09-01) Spalte 2, Zeile 38 -Spalte 4, Zeile 52; Anspruch 1 ---	1
A	EP 0 878 284 A (HENNECKE) 18. November 1998 (1998-11-18) Spalte 2, Zeile 26 -Spalte 3, Zeile 45; Ansprüche 1-5 ---	1
A	DE 44 42 254 A (HENNECKE/BAYER) 30. Mai 1996 (1996-05-30) Spalte 2, Zeile 62 -Spalte 7, Zeile 56; Ansprüche 1-9 & EP 0 794 857 A 17. September 1997 (1997-09-17) in der Anmeldung erwähnt -----	1



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

6. November 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

15/11/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Bourgonje, A

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 01/07214

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 5801210	A	01-09-1998	US	6034147 A	07-03-2000
EP 878284	A	18-11-1998	DE	19718895 C1	14-01-1999
			DE	19742039 A1	25-03-1999
			CN	1198446 A	11-11-1998
			EP	0878284 A2	18-11-1998
			JP	10315261 A	02-12-1998
			NO	982003 A	06-11-1998
DE 4442254	A	30-05-1996	DE	4442254 A1	30-05-1996
			AT	177675 T	15-04-1999
			AU	4117096 A	19-06-1996
			BR	9509776 A	30-09-1997
			CN	1167459 A ,B	10-12-1997
			DE	69508427 D1	22-04-1999
			DE	69508427 T2	22-07-1999
			WO	9616782 A1	06-06-1996
			EP	0794857 A1	17-09-1997
			JP	10509924 T	29-09-1998
			NO	972407 A	27-05-1997
			PL	320483 A1	29-09-1997
			US	5840778 A	24-11-1998
			ZA	9510046 A	06-06-1996